

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号
特開2001-27815
(P2001-27815A)

(43) 公開日 平成13年1月30日 (2001.1.30)

(51) Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	ターミナル* (参考)
G 0 3 G 5/05	1 0 2	G 0 3 G 5/05	1 0 2 2 F 0 6 5
// G 0 1 B 11/06		G 0 1 B 11/06	Z 2 H 0 6 8

審査請求 未請求 請求項の数9 OL (全11頁)

(21) 出願番号 特願平11-200923

(22) 出願日 平成11年7月14日 (1999.7.14)

(71) 出願人 000005049

シャープ株式会社

大阪府大阪市阿倍野区長池町22番22号

(72) 発明者 松尾 力也

大阪府大阪市阿倍野区長池町22番22号 シ
ャープ株式会社内

(72) 発明者 森田 竜廣

大阪府大阪市阿倍野区長池町22番22号 シ
ャープ株式会社内

(74) 代理人 100075557

弁理士 西教 圭一郎

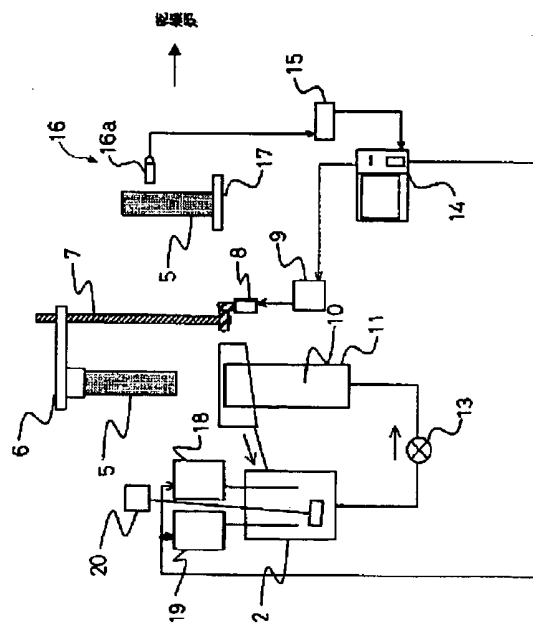
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 電子写真感光体の製造方法

(57) 【要約】

【課題】 感光層毎の膜厚が均一で、安定した感光特性を有する電子写真感光体の製造方法を提供する。

【解決手段】 昇降機7のアーム6に懸吊された電荷輸送層を形成すべき導電性基体5は、電荷輸送層用塗液10が満たされた塗液槽11に浸漬された後、所定の塗布速度で引上げられる。塗液10が塗布された基体5の湿潤膜厚が、膜厚測定位置17で500nm以上の波長光を用いた光干渉法によって測定される。膜厚測定後の基体5は加熱乾燥される。演算処理装置14は、測定された湿潤膜厚に基づいて乾燥膜厚を推定し、塗布速度を制御して塗布量を調整する。また演算処理装置14は、測定された湿潤膜厚に基づいて塗布時点の固形分濃度を推定し、固形分濃度を制御して塗布量を調整する。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 導電性基体上に浸漬塗布法によって塗液を塗布する工程、湿潤状態の塗膜の膜厚を測定する工程および膜厚測定後に塗膜を加熱乾燥する工程を備え、前記膜厚測定工程で測定された湿潤膜厚に基づいて乾燥膜厚または塗布時点の塗液物性を推定し、推定結果に基づいて直後の塗布工程における塗布条件を制御して塗布量を調整することを特徴とする電子写真感光体の製造方法。

【請求項2】 前記膜厚測定工程では塗液の塗布終了直後の時点から予め定められる期間が経過した時点で湿潤膜厚が測定されることを特徴とする請求項1記載の電子写真感光体の製造方法。

【請求項3】 乾燥膜厚の前記推定結果に基づいて直後の塗布工程における塗布速度を制御して塗布量を調整することを特徴とする請求項1記載の電子写真感光体の製造方法。

【請求項4】 塗布時点の塗液物性の前記推定結果に基づいて直後の塗布工程における塗液物性を制御して塗液量を調整することを特徴とする請求項1記載の電子写真感光体の製造方法。

【請求項5】 前記膜厚測定工程では光干渉法によって湿潤膜厚が測定されることを特徴とする請求項1記載の電子写真感光体の制御方法。

【請求項6】 光干渉法による前記膜厚測定工程では500nm以上の波長光が照射されることを特徴とする請求項5記載の電子写真感光体の製造方法。

【請求項7】 前記膜厚測定工程では互いに異なる複数の時点で湿潤膜厚が測定されることを特徴とする請求項1記載の電子写真感光体の製造方法。

【請求項8】 前記膜厚測定工程では複数位置の湿潤膜厚が同時に測定されることを特徴とする請求項1記載の電子写真感光体の製造方法。

【請求項9】 前記塗液は電荷輸送層塗液であることを特徴とする請求項1記載の電子写真感光体の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、複写機やプリンタなどの画像形成装置に用いられる電子写真感光体の製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】電子写真感光体における光導電性材料に*

$$h = K (\eta v / \rho g \sin \alpha)^n$$

ここで、 h は湿潤膜厚、 v は塗布速度、 ρ は塗液比重、 η は塗液粘度、 α は接触角、 K は0.9~1.9の定数、 n は0.5~0.7の定数をそれぞれ表す。式

(1)から、湿潤膜厚は塗布速度および塗液の比重・粘度によって制御できることが判る。具体的に、塗液の比重・粘度の調整は、溶剤を加えて希釈することによって行われる。また、塗布速度の調整は、基体を昇降させる※50

*は無機系材料と有機系材料とがあるが、毒性が低く、低コストで材料設計の自由度が高い有機系材料が多く使用されている。有機電子写真感光体（以下、単に「感光体」ともいう）は、一般に、単層型と積層型（機能分離型）とに分類される。積層型の感光体には、2層構造のものや3層構造のものがある。2層構造の感光体は、導電性基体上に電荷発生層と電荷輸送層とをこの順番に積層した感光層を形成して構成される。3層構成の感光体は、導電性基体上に下引き層を形成し、該下引き層上に電荷発生層と電荷輸送層とをこの順番に積層した感光層を形成して構成される。

【0003】電荷発生層、電荷輸送層および下引き層は、一般に、塗布法によって形成される。電荷発生層および電荷輸送層用の塗液は少なくとも有機系光導電性材料と結着樹脂とを有機溶剤に溶解または分散して調整され、また下引き層用の塗液は少なくとも結着樹脂を有機溶剤に溶解して調整される。調整された塗液を基体上に順次塗布し、乾燥することによって各層が形成される。塗布法には、スプレー法、バーコート法、ロールコート法、ブレード法、リング法および浸漬法などがあるが、特に浸漬塗布法が多く用いられる。該塗布法は、塗液を満たした塗液槽に基体を浸漬し、一定速度または逐次変化する速度で引上げる方法であり、比較的簡単で、生産性が高く、低コストである。

【0004】しかし、上述の浸漬塗布法では、基体の引上げ方向に塗液のたれが生じる。その結果、形成された感光層にすじなどの塗布むら、すなわち膜厚むらが発生する。感光層の膜厚むらは、形成される画像に濃淡むらなどの悪影響を及ぼすので、好ましくない。また、塗液には比較的蒸発しやすい有機溶剤が使用されるので、塗液槽内で溶剤が蒸発して塗液粘度および濃度が変化する。したがって、複数の基体に連続して感光層を形成する場合、各基体に一定量の塗液を塗布することは困難である。このため、膜厚が均一で安定な感光特性を有する感光体を得ることが難しい。

【0005】そこで、浸漬塗布法では膜厚の安定化を図るために膜厚の変動が管理され、膜厚が予め定められる許容範囲を越えたときに塗布速度、すなわち引上げ速度によって塗布量が調整される。浸漬塗布法では、一般に、湿潤状態の塗布膜厚（以降、「湿潤膜厚」という）、塗液物性値および塗布速度との間には、式(1)の関係が成立する。

$$\dots (1)$$

※昇降手段のモータ回転数を変化させることによって行われる。たとえば、塗布速度を速くすると膜厚が厚くなり、塗布速度を遅くすると膜厚が薄くなる。このようにして膜厚を調整することは、簡単な生産設備で実現でき、膜厚の変動に即座に対応することが可能である。

【0006】また、膜厚の変動を管理するために、塗膜の膜厚が測定される。膜厚測定には、段差計、表面粗さ

計、うず電流式膜厚計などを用いる方法、塗布重量の測定によって行う方法、放射線を用いるガンマ線測定方法、および光電顕微鏡や電子顕微鏡によって試料断面を観察する写真法などがある。また、特開昭59-7957号公報には色差計を用いて測定する方法が、特開平4-336540号公報には光干渉法によって測定する方法がそれぞれ開示されている。

【0007】

【発明が解決しようとする課題】感光体においては、1つの感光体の感光層の膜厚が所定の厚みでかつ均一であるとともに、複数の感光体の各感光層の膜厚が所定の厚みでかつ一定であることが望まれる。

【0008】浸漬塗布法において膜厚の変動を管理するため、上述したようにして塗膜の膜厚が測定される。段差計などを用いる方法、塗布重量の測定によって行う方法、ガンマ線測定方法、写真法および色差計を用いる方法では、乾燥状態の塗布膜厚（以降、「乾燥膜厚」という）を測定する。この場合、膜厚が比較的薄いとき、たとえば5μm以下のときや、溶剤の乾燥工程を必要としないとき、たとえば下引き層や電荷発生層のときには、膜厚の測定結果を直後の塗布工程に反映することができる。しかし、膜厚が比較的厚いときや溶剤の乾燥工程を必要とするときには、溶剤の乾燥に長い時間、たとえば1時間以上を要する。製造効率上、この溶剤乾燥中に次の基体への塗布が成されるので、膜厚測定結果を直後の塗布工程に反映することができない。したがって、感光体毎に感光層の膜厚がばらつき、良品率が低下する。また、乾燥後に次の基体への塗布を行うようにすると、生産性が低下しコストが上昇する。

【0009】また、光干渉法などでは湿潤膜厚を測定するが、膜厚測定結果を直後の塗布工程に高精度に反映することが望まれる。

【0010】本発明の目的は、湿潤膜厚の測定結果を直後の塗布工程に高精度に反映することができ、感光層毎の膜厚が均一で、安定した感光特性を有する電子写真感光体の製造方法を提供することである。

【0011】

【課題を解決するための手段】本発明は、導電性基体上に浸漬塗布法によって塗液を塗布する工程、湿潤状態の塗膜の膜厚を測定する工程および膜厚測定後に塗膜を加熱乾燥する工程を備え、前記膜厚測定工程で測定された湿潤膜厚に基づいて乾燥膜厚または塗布時点の塗液物性を推定し、推定結果に基づいて直後の塗布工程における塗布条件を制御して塗布量を調整することを特徴とする電子写真感光体の製造方法である。

【0012】本発明に従えば、導電性基体上に浸漬塗布法によって塗液を塗布し加熱乾燥する電子写真感光体の製造方法において、塗膜を加熱乾燥する前に湿潤膜厚が測定され、測定された湿潤膜厚に基づいて乾燥膜厚または塗布時点の塗液物性が推定され、推定結果に基づいて

次の塗布工程における塗布条件が制御されて塗布量が調整される。

【0013】したがって、膜厚が比較的厚いときや溶剤の乾燥工程を必要とするときであっても、溶剤乾燥中に次の基体への塗布を行い、膜厚測定結果を直後の塗布工程に反映することができ、感光体毎の下引き層、電荷発生層および電荷輸送層の膜厚の均一性を高めて、安定した感光特性を有する電子写真感光体を得ることができ。また、生産性の低下やコストの増加を招くことなく良品率を向上することができる。

【0014】また本発明は、前記膜厚測定工程では塗液の塗布終了直後の時点から予め定められる期間が経過した時点で湿潤膜厚が測定されることを特徴とする。

【0015】本発明に従えば、湿潤膜厚からは自然乾燥によって溶剤が徐々に蒸発するので、時間の経過に伴って膜厚が減少する。このように、湿潤膜厚は時間とともに変化するが、塗液物性、塗布速度および乾燥条件が同じであれば、時間に対する湿潤膜厚の変化の挙動は同じとなる。このため、塗液の塗布終了直後の時点から予め定められる期間が経過した時点で湿潤膜厚を測定し、測定した湿潤膜厚と乾燥膜厚との相関関係を求める。たとえば、湿潤膜厚にある定数を乗することによって乾燥膜厚が求まるような相関関係を求める。このような相関関係に基づいて膜厚を高精度に制御することができる。

【0016】また本発明は、乾燥膜厚の前記推定結果に基づいて直後の塗布工程における塗布速度を制御して塗布量を調整することを特徴とする。

【0017】本発明に従えば、塗液温度、環境の温湿度、塗布槽の径および導電性基体の径などを同一とした条件下において、塗液物性が一定の場合、湿潤膜厚は塗布速度に応じて変化する。具体的には、塗布速度が速くなると膜厚が厚くなり、遅くなると薄くなる。したがって、塗布速度を制御することによって膜厚を高精度に制御することができる。

【0018】また本発明は、塗布時点の塗液物性の前記推定結果に基づいて直後の塗布工程における塗液物性を制御して塗液量を調整することを特徴とする。

【0019】本発明に従えば、溶剤が蒸発して塗液物性、たとえば固形分濃度が変化すると、その塗液の他の物性、すなわち粘度や比重も変化し、塗布速度が一定の場合、湿潤膜厚は塗液物性の変化に応じて変化する。具体的には、固形分濃度が高くなると膜厚が厚くなり、低くなると薄くなる。したがって、塗液物性を制御することによって膜厚を高精度に制御することができる。

【0020】また本発明は、前記膜厚測定工程では光干渉法によって湿潤膜厚が測定されることを特徴とする。

【0021】本発明に従えば、湿潤膜厚の測定には塗膜を損傷しないために非接触法によって膜厚を測定することが好ましい。また、湿潤膜から自然乾燥による膜厚の変化を考慮して、短時間で膜厚を測定することが好まし

い。本発明において採用した光干渉法は、膜厚を非接触でかつ短時間で測定することができる手法であり、高精度に湿潤膜厚を測定することができ、膜厚を高精度に制御することができる。

【0022】また本発明は、光干渉法による前記膜厚測定工程では500nm以上の波長光が照射されることを特徴とする。

【0023】本発明に従えば、前記光干渉法では、可視光、紫外光および赤外光などの光の中から、試料の膜厚および吸収波長に応じた光が選択されて照射される。特に、電子写真感光体の電荷輸送層に関して塗液中に溶解する電荷輸送物質は不安定で光によって分解しやすい場合がある。しかし、500nm以上の波長光では分解しないので、本発明のように500nmの以上の波長光を照射することが好ましい。

【0024】また本発明は、前記膜厚測定工程では互いに異なる複数の時点で湿潤膜厚が測定されることを特徴とする。

【0025】本発明に従えば、互いに異なる2以上の時点で湿潤膜厚を測定するので、単一の時点のみで膜厚を測定する場合に比べて湿潤膜厚の測定精度を高めることができる。すなわち、単一の時点のみで膜厚を測定した場合、自然乾燥によって膜厚が減少し、測定誤差が生じ、このような測定膜厚に基づいて塗布速度や塗液物性を制御すると、目的とする膜厚を得ることができない。本発明では、互いに異なる複数時点で湿潤膜厚の測定を行って乾燥膜厚または塗液物性を求め、その平均値に基づいて塗布速度や塗液物性を制御することによって、測定誤差による影響を小さくすることができる。

【0026】また本発明は、前記膜厚測定工程では複数位置の湿潤膜厚が同時に測定されることを特徴とする。

【0027】本発明に従えば、たとえば導電性基体の長手方向に互いに異なる複数の膜厚測定位置を設定する。各測定位置で測定された複数の湿潤膜厚に基づいて塗布速度や塗液物性を制御するので、高精度に測定された湿潤膜厚によって膜厚を高精度に制御することができる。

【0028】また本発明は、前記塗液は電荷輸送層塗液であることを特徴とする。

【0029】本発明に従えば、導電性基体上に浸漬塗布法によって電荷輸送層用塗液を塗布し加熱乾燥して電荷輸送層が形成される。このとき、電荷輸送層の塗膜を加熱乾燥する前に湿潤膜厚が測定され、測定された湿潤膜厚に基づいて乾燥膜厚または塗布時点の塗液物性が推定され、推定結果に基づいて次の塗布工程における電荷輸送層の塗布条件が制御されて塗布量が調整される。

【0030】したがって、電荷輸送層のように膜厚が比較的厚いときや溶剤の乾燥工程を必要とするときであっても、感光体毎の電荷輸送層の膜厚の均一性を高めて、安定した感光特性を有する電子写真感光体を得ることができ、また生産性の低下やコストの増加を招くことなく

良品率を向上することができる。

【0031】

【発明の実施の形態】本発明の電子写真感光体の製造方法では、既知の浸漬塗布方法および装置を用いることができる。また、塗布速度、または塗液の固形分濃度、粘度および比重などの塗液物性によって、塗膜の湿潤膜厚を制御することができる。

【0032】塗液温度、環境の温湿度、塗布槽の径および基体の径などを同一とした条件下では、塗液物性を一定とした場合、湿潤膜厚は塗布速度に応じて変化する。具体的には、塗布速度が速くなると湿潤膜厚が厚くなり、遅くなると薄くなる。また、溶剤が蒸発して固形分濃度が変化すると粘度や比重も変化する。したがって、塗布速度を一定とした場合、湿潤膜厚は塗液物性の変化に応じて変化する。具体的には、固形分濃度が高くなると湿潤膜厚が厚くなり、低くなると薄くなる。塗液物性に関して、その粘度や比重は固形分濃度の関数で表すことができ、材料およびその構成比率などの塗液処方と同じとした場合、固形分濃度が高いほど粘度や比重が大きくなる。したがって、ある一定の条件下では、塗布速度と固形分濃度が明らかであれば湿潤膜厚が判る。また、塗布速度と湿潤膜厚が明らかであれば固形分濃度が判る。

【0033】感光層の塗布条件を制御して塗布量を調整して湿潤膜厚を制御するための第1番目の手法では、塗液の塗布後に湿潤膜厚が測定され、測定結果に基づいて乾燥膜厚が推定され、推定結果に基づいて塗布条件、すなわち塗布速度が制御され、これによって塗布量が調整されて膜厚が制御される。

【0034】乾燥膜厚を推定するためには、湿潤膜厚と乾燥膜厚との相関関係、たとえば湿潤膜厚にある定数を乗することによって乾燥膜厚が求まるような相関関係を前もって把握しておく必要がある。このため、予め固形分濃度が明らかな異なる濃度の塗液を用いて種々の塗布速度で塗布を行い、湿潤膜厚と乾燥膜厚とが測定される。このようにして得られた相関関係に基づいて、測定した湿潤膜厚に対応する乾燥膜厚が推定される。

【0035】一方、湿潤膜からは自然乾燥によって溶剤が徐々に蒸発する。したがって、湿潤膜厚は時間の経過に伴って減少する。このような自然乾燥による膜厚変化の度合は、塗布直後が大きく、時間の経過とともに小さくなる。なお、乾燥膜は加熱乾燥によって塗膜から全ての溶剤が蒸発して固形分のみで構成されるので、乾燥膜厚は変化しない。湿潤膜厚の時間経過に伴う減少は、具体的には以下のように説明できる。すなわち、塗膜の乾燥期間は一般的に、塗布直後の恒率乾燥期間と塗布直後からある程度時間が経過した減率乾燥期間とから成る。恒率乾燥期間では、溶剤の蒸発速度が速く、膜厚変化の度合は大きい。減率乾燥期間では、塗膜内部を溶剤が拡散する速度が支配的となって乾燥速度が遅くなり、膜厚

変化の度合は小さくなる。

【0036】湿潤膜厚は上述したように塗布直後に急激に変化する。また、湿潤膜厚は時間経過に伴って変化するが、塗液物性、塗布速度および乾燥条件が同じであれば、時間経過に対する湿潤膜厚の変化の挙動は同じとなる。したがって、急激な膜厚変化の影響を低減するために、塗液の塗布終了直後の時点から湿潤膜厚を測定するまで、予め定められる期間だけ塗膜を放置することが好ましい。塗液の塗布終了直後の時点から予め定められる期間が経過した時点で測定した湿潤膜厚と、乾燥膜厚との相関関係を求め、該相関関係に基づいて湿潤膜厚を高精度に制御することができる。

【0037】なお、湿潤膜厚の測定に関して、湿潤膜厚は時間経過によって減少するので、塗膜を放置する期間は一定とする必要がある。また、該期間における温度や湿度などの環境条件を一定に保つ必要がある。さらに、塗布位置から膜厚測定位置までに移動が必要な場合、風の影響による膜厚むらの発生を防止するために風防を用いることが好ましい。

【0038】このような塗膜の放置の期間は、測定した湿潤膜厚に基づく推定結果が次の基体への塗布にフィードバックできるよう設定されればよく、塗布直後の時点から、たとえば次の塗布の直前の時点までの期間に設定され、具体的には3～10分、好ましくは4～7分に設定される。3分よりも短い場合、急激な膜厚変化の影響によって測定誤差が大きくなり、所望の膜厚で感光層を形成することができず、膜厚にばらつきが生じる。また10分よりも長い場合、測定誤差は小さくなるが、次の基体へのフィードバックが間に合わなくなる。また、湿潤膜からの溶剤の乾燥速度は溶剤の種類や乾燥の雰囲気によって異なるので、これらを考慮して前記期間を設定することが好ましい。

【0039】湿潤膜厚は上述したように塗布速度によって制御できるが、塗液に溶剤などを加えて塗液の固形分濃度を一定に保つことによっても制御できる。そこで、塗布条件を制御して塗布量を調整して湿潤膜厚を制御するための第2番目の手法では、塗液の塗布後に湿潤膜厚が測定され、測定結果に基づいて塗布時点の塗液物性、すなわち固形分濃度が推定され、推定結果に基づいて塗布条件、すなわち塗液の固形分濃度が制御され、これによって塗布量が調整されて膜厚が制御される。測定された湿潤膜厚と塗布速度から塗布時点の固形分濃度が判るので、該固形分濃度が所定の濃度よりも高くなったときに、所定量の溶剤を加えて塗液濃度が所定濃度に調整される。

*【0040】上述したような膜厚制御に関して、測定した湿潤膜厚からの乾燥膜厚の推定および塗布速度の決定、または測定した湿潤膜厚からの塗布時点での塗液の固形分濃度の推定および溶剤添加量の決定を、コンピュータを用いた自動演算処理によって行うようにしても構わない。また、求められた塗布速度や溶剤添加量の次の基体に対する塗布へのフィードバックシステムを、コンピュータを用いた自動制御システムで実現しても構わない。

10 【0041】湿潤膜厚の測定は、塗膜を損傷しないように行う必要がある。また、塗布直後の膜厚減少による測定誤差を低減するために、できる限り短時間で行う必要がある。本発明では、特に、湿潤膜厚を後述する原理の光干渉法によって測定する。この方法によれば、塗膜に非接触で短時間で膜厚を測定することができる。光干渉法では、可視光、紫外光および赤外光などの光を照射することができ、試料膜厚および吸収波長に応じた照射光が選択される。特に、電荷輸送層の膜厚を測定する場合、塗液中に溶解する電荷輸送物質は不安定で光によって分解しやすい場合があり、500nmの以上の波長の光を照射することが好ましい。

【0042】なお、湿潤膜厚の測定精度を高めるために、互いに異なる複数の時点で湿潤膜厚を測定することが好ましい。測定された異なる時点での湿潤膜厚に対応する乾燥膜厚を前述の相関関係から求め、平均値を算出し、塗布速度または塗液の固形分濃度を制御して塗布量を調整する。また、湿潤膜厚を高精度に制御するために、互いに異なる複数の位置の湿潤膜厚を同時に測定することが好ましい。

30 【0043】また、本発明の製造方法は電子写真感光体の下引き層、電荷発生層および電荷輸送層に対して適用することができるが、特に膜厚が比較的厚く、溶剤の乾燥工程が必要な電荷輸送層に対して適用することが好ましい。

【0044】ここで、光干渉法による膜厚測定方法の原理を説明する。図1は、該原理を説明するための図である。膜厚d、屈折率N1の透明な膜3に光1が入射した場合、図1(A)に示されるように膜3の内部で光が多重反射する。反射光2は膜3の内部を複数回通過した光を合成したものであり、該反射光2は光の干渉によって隣合う位相差が2πの正数倍であれば互いに強め合い、πの奇数倍であれば互いに打ち消し合う。

【0045】図1(B)に示されるように基体4の上に形成された膜3に光が入射した場合の反射率Rは、式(2)で示される。

$$R = \frac{R_1^2 + R_2^2 - 2R_1R_2 \cos(X)}{1 + R_1^2 + R_2^2 - 2R_1R_2 \cos(X)} \quad \dots (2)$$

$$\ast X = 4\pi N_1 d / \lambda$$

$$N_2 > N_1$$

※50 であり、λ：波長、d：膜3の厚さ、R1：膜3の表面

ここで、

$$R_1 = (1 - N_1) / (1 + N_1)$$

$$R_2 = (N_1 - N_2) / (N_1 + N_2)$$

での反射率、R2：基体4の表面での反射率、N1：膜3の屈折率、N2：基体4の屈折率である。

【0046】光の干渉によって、反射率は強め合う波長*

$$(1/\lambda n) - (1/\lambda n + 1) = 1/2N1d \quad \dots (3)$$

ここで、 λn ：n番目の極大値または極小値をもつ波長である。

【0047】式(3)によって、強め合うまたは打ち消し合うピーク波長 λn および膜3の屈折率N1がわかれば、膜3の厚さdを求めることができる。強め合うまたは打ち消し合うピーク波長 λn 、および膜3の屈折率N1は分光光度計で測定可能であり、したがって膜3の厚さdが求まる。なお、膜3の屈折率N1が未知の場合、膜厚が既知の基準サンプルを用いて光干渉法で式(3)から求めることができる。

【0048】電子写真感光体の導電性基体としては、アルミニウム、銅、ニッケル、ステンレス鋼および真鍮などの金属製の円筒状基体や薄膜シートで実現することができる。また、アルミニウム、錫、金および酸化インジウムなどをポリエステルフィルム、紙および金属フィルムから成る円筒状基体に蒸着したもので実現することが

【0049】基体上には、感光層の接着性や塗布性の改良、また基体上の欠陥の被覆および基体から電荷発生層への電荷注入性の改良のために、下引き層が設けられる。下引き層の材料としては、ポリアミド、共重合ナイロン、カゼイン、ポリビニルアルコール、セルロースおよびゼラチンなどの樹脂を用いることができる。これらの樹脂を有機溶剤に溶解して塗液を調整し、膜厚が0.1 μ m～5 μ m程度となるように、浸漬塗布装置を用いて基体上に塗布される。なお、下引き層中には、たとえば低温低湿環境における電子写真特性を改良するためおよび下引き層の抵抗率を調整するために、必要に応じて、アルミナ、酸化錫および酸化チタンなどの無機顔料を分散させても構わない。

【0050】電荷発生層は、光照射によって電荷を発生する電荷発生材料を主成分とし、必要に応じて、既知の結着剤、可塑剤および増感剤などを含有しても構わない。電荷発生材料としては、たとえばベリレン系顔料、多環キノン系顔料、無金属フタロシアニン顔料、金属フタロシアニン系顔料、スクアリウム色素、アズレウム色素、チアピリウム色素、およびカルバゾール骨格、スチリルスチルベン骨格、トリフェニルアミン骨格、ジベンゾチオフェン骨格、オキサジアゾール骨格、フルオレノン骨格、ビススチルベン骨格、ジスチリルオキサジアゾール骨格およびジスチリルカルバゾール骨格を有するアゾ顔料が挙げられる。デジタル用感光体としては特に、無金属フタロシアニン顔料、金属フタロシアニン顔料およびアゾ顔料が好ましい。

【0051】電荷輸送層は、電荷発生材料が発生した電荷を受け入れて輸送する電荷輸送材料、シリコン系レ

*で極大値となり、打ち消し合う波長で極小値となる。反射率Rを波長 λ で微分して、 $(d/d\lambda)R(\lambda)=0$ となるピーク波長 λn を求めると、式(3)となる。

※ベリング剤および結着剤を必須成分とし、必要に応じて、既知の可塑剤および増感剤を含有しても構わない。電荷輸送材料としては、たとえばポリ-N-ビニルカルバゾールおよびその誘導体、ポリ- γ -カルバズリルエチルグルタメートおよびその誘導体、ピレン-ホルムアルデヒド縮合物およびその誘導体、ポリビニルピレン、ポリビニルフェナントレン、オキサゾール誘導体、オキサジアゾール誘導体、イミダゾール誘導体、9-(p-ジエチルアミノスチリル)アントラセン、1,1-ビス(4-ジベンジルアミノフェニル)プロパン、スチリルアントラセン、スチリルピラゾリン、フェニルヒドラゾン類、およびヒドラゾン誘導体などの電子供与性物質が挙げられる。また、フルオレノン誘導体、ジベンゾチオフェン誘導体、インデノチオフェン誘導体、フェナンスレンキノン誘導体、インデノピリジン誘導体、チオキサントニン誘導体、ベンゾ[c]シンノリン誘導体、フェナジンオキサライド誘導体、テトラシアノエチレン、テトラシアノキノジメタン、プロマニル、クロラニル、およびベンゾキノンの電子受容性物質などが挙げられる。

【0052】電荷輸送層の結着剤としては、電荷輸送材料と相溶性を有するものが選ばれ、たとえばポリカーボネート、ポリビニルブチラール、ポリアミド、ポリエステル、ポリケトン、エポキシ樹脂、ポリウレタン、ポリビニルケトン、ポリスチレン、ポリアクリルアミド、フェノール樹脂およびフェノキシ樹脂が挙げられる。

【0053】本発明の電子写真感光体の製造方法では公知の浸漬塗布方法および装置を用いることができる。浸漬塗布方法による下引き層、電荷発生層および電荷輸送層の製造例を以下に説明する。酸化チタンと共重合ナイロン樹脂を、たとえばエタノール、メタノールおよびメタノールとジクロロエタンの混合溶剤などの適当な溶剤に分散した下引き層用塗液を調整し、浸漬塗布装置を用いて、該塗液に導電性基体を浸漬し、引上げて乾燥して、基体上に下引き層を形成する。

【0054】アゾ顔料などの電荷発生材料を、必要に応じて、結着剤、可塑剤および増感剤とともに、たとえばシクロヘキサノン、ベンゼン、クロロホルム、ジクロロエタン、エチルエーテル、アセトン、エタノール、クロロベンゼンおよびメチルエチルケトンなどの適当な溶剤に分散した電荷発生層用塗液を調整し、浸漬塗布装置を用いて、該塗液に導電性基体または下引き層を形成した導電性基体を浸漬し、引上げて乾燥して、基体または下引き層上に電荷発生層を形成する。

【0055】ヒドラゾン系化合物などの電荷輸送材料、シリコン系ベリング剤および結着剤を、必要に応じて、可塑剤および増感剤とともに、たとえばジクロロエ

タン、ベンゼン、クロロホルム、シクロヘキサノン、エチルエーテル、アセトン、エタノール、クロロベンゼンおよびメチルエチルケトンなどの適当な溶剤に溶解した電荷輸送層用塗液を調整し、浸漬塗布装置を用いて、該塗液に電荷発生層を形成した導電性基体を浸漬し、引上げて乾燥して、電荷発生層上に電荷輸送層を形成する。

【0056】図2は、本発明の実施の一形態である電子写真感光体の製造方法を実現するための浸漬塗布装置を示す図である。導電性基体5は、昇降機7に取付けられたアーム6に懸吊される。昇降装置の昇降モータ8を駆動することによってアーム6が昇降移動する。アーム6の下方には塗液10で満たされた塗液槽11が配置されている。アーム6を下降させて基体5を塗液10に浸漬した後、アーム6を上昇させて基体5を引上げることによって、基体5の表面に塗液10が塗布される。感光体をこのような浸漬塗布装置を用いて作製するに当たって、下引き層、電荷発生層または電荷輸送層用の塗液10、特に電荷輸送層用の塗液10が用いられる。塗液10は、塗液槽11と攪拌槽12との間を送液ポンプ13によって循環する。攪拌槽12内では、塗液10は、攪拌装置20によって攪拌される。また、攪拌槽12において、溶剤追加装置18によって溶剤が追加され、また塗液追加装置19によって塗液10が追加される。

【0057】湿潤膜厚を測定するために、塗布槽11から引上げられた基体5は、予め定められる膜厚測定位置17に移動される。このとき、風防を用いて風による乾燥むらを防止することが好ましい。膜厚測定位置17では、たとえば電荷輸送層塗膜に対して所定の、たとえば500nm以上の波長光を照射し、その反射光を分光光度計の受光部16で受光する。受光部16は、たとえば単一の受光素子16aを備える。受光された反射光のデータは分光光度計の演算部15で解析され、直ちにコンピュータで実現される演算処理装置14に与えられる。

【0058】演算処理装置14では、湿潤膜厚が決定され、湿潤膜厚と乾燥膜厚との相関関係から、決定された湿潤膜厚に対応する乾燥膜厚が推定され、次の塗布工程において所望の膜厚が得られる塗布速度が決定される。決定した塗布速度に基づいて、演算処理装置14は昇降装置の回転調整部9を制御して昇降モータ8の回転動作を制御する。これによって、次の塗布工程における塗布を適切な塗布速度で行うことができる。なお、湿潤膜厚の測定が終了した基体5は、続いて乾燥炉にて加熱乾燥される。

【0059】また、演算処理装置14では、湿潤膜厚が決定され、塗布時点での塗液の固形分濃度が推定され、次の塗布工程において所望の膜厚が得られる固形分濃度が決定される。塗液槽11内の塗液10から溶剤が蒸発して固形分濃度が高くなった場合、塗布速度が遅くなって生産性に支障をきたす。したがって、塗布速度が遅くなって生産性に支障をきたす前に、塗液10の固形分濃

度が調整される。演算処理装置14は、推定した固形分濃度に基づいて、溶剤追加装置18および塗液追加装置19を制御して、決定した固形分濃度となるように溶剤および塗液を追加するよう制御する。

【0060】図3は、分光光度計の他の受光部16を拡大して示す図である。受光部16は、上述したように単一の受光素子16aを備えるものに限らず、図3に示すように複数の受光素子16aを備え、該受光素子16aを基体5の長手方向に沿って配置しても構わない。

【0061】本発明の電子写真感光体の製造方法では、湿潤膜厚を光干渉法によって測定して次の塗布工程における塗布速度または固形分濃度を自動的に制御して塗布量を調整する。このような製造方法によれば、塗膜表面を傷付けることなく膜厚を測定することができ、かつ膜厚の測定が簡便であるので、塗膜の乾燥を待つことなく、直ちに次の塗布工程での塗布量を調整することが可能である。また、塗布ロット毎に膜厚が適正で安定した特性を有する感光体を得ることができる。

【0062】本発明の方法によって製造される電子写真感光体は、導電性基体の上または導電性基体上の下引き層の上に感光層を形成して構成される。感光層は、単一層構造または電荷発生層と電荷輸送層との積層構造を有する。基体または下引き層上に電荷発生層が形成され、該電荷発生層の上に電荷輸送層が形成される。なお、電荷発生層と電荷輸送層とを逆に積層しても構わない。下引き層、電荷発生層および電荷輸送層、特に電荷輸送層が本発明の方法によって形成される。

【0063】

【実施例】(実施例1) 6重量部の共重合ナイロン樹脂(東レ株式会社製、CM4000)を94重量部のメタノールに溶解して下引き層用塗液を調整した。アルミニウム製の円筒状の導電性基体を準備し、下引き層用塗液を用い、浸漬塗布装置を用いて、膜厚が約0.6μmとなるように塗液を塗布し、基体上に下引き層を形成した。

【0064】次に、1重量部のジブロムアンサンスロン、1重量部のブチラール樹脂(積水化学株式会社製、エスレックBM-2)、120重量部のメチルエチルケトンを混合し、ボールミルで12時間分散して電荷発生層用塗液を調整した。形成した下引き層上に、電荷発生層用塗液を用い、浸漬塗布装置を用いて、膜厚が約0.4μmとなるように塗液を塗布し、電荷発生層を形成した。

【0065】さらに、1重量部のヒドラゾン系電荷輸送材料(日本化薬株式会社製、ABPH)、1重量部のポリカーボネート(帝人化成株式会社製、パンライトL-1250)、0.00013重量部のシリコン系レベリング剤(信越化学工業株式会社製、KF-96)を10重量部のジクロロメタンに加えて、45℃で加熱し完全に溶解した後、自然冷却して電荷輸送層用塗液を調整

した。形成した電荷発生層上に、電荷輸送層塗液を用い、図2に示される浸漬塗布装置を用いて、膜厚が約23 μ mとなるように塗液を塗布し、80℃で1時間乾燥して、電荷輸送層を形成した。

【0066】電荷輸送層の塗布に関して、電荷輸送層用塗液に関するデータを予め演算処理装置14に入力した。具体的には、塗液の所定の材料処方
10 異なる場合の、塗布速度に対する塗布終了後5分経過後の湿潤膜厚と、乾燥膜厚とを測定し、これらのデータを入力した。電荷輸送層塗液の塗布終了後5分経過後の湿潤膜厚を測定し、測定結果から最適な塗布速度を演算処理装置14によって自動演算し、次の塗布工程における塗布速度を自動的に制御するようにして、連続100本の感光体を作製した。

【0067】湿潤膜厚および乾燥膜厚の測定には、分光光度計(MCPD-1100、大塚電子株式会社製)を使用した。測定条件は、湿潤および乾燥とも同じとし、予め膜厚が既知のサンプルで屈折率を求めておき、塗膜の反射スペクトルを測定し、該スペクトルの隣合う山と山または谷と谷の波長を算出し、先に求めた屈折率と前記式(3)とを用いて膜厚を測定した。湿潤膜厚の測定では、電荷輸送物質の吸収波長である500nm未満の光をフィルタによってカットして行った。

【0068】このようにして、完成品の電荷輸送層の膜厚を測定した結果を以下の表1に示す。電荷輸送層の膜厚は23 μ mで一定であった。

【0069】(比較例1)実施例1と同様に、アルミニウム製の円筒状の導電性基体に、下引き層と電荷発生層とを所定の膜厚となるようにしてこの順番に形成し、さらに電荷輸送層を形成した。このとき、塗布速度の制御は行わずに連続100本の感光体を作製した。このようにして、完成品の電荷輸送層の膜厚を実施例1と同様にして測定した結果を以下の表1に示す。電荷輸送層の膜厚は20本目以降で適正な膜厚を得ることができなかった。

【0070】(実施例2)実施例1と同様に、アルミニウム製の円筒状の導電性基体に、下引き層と電荷発生層

とを所定の膜厚となるようにしてこの順番に形成し、さらに電荷輸送層を形成した。電荷輸送層の塗布に関して、電荷輸送層用塗液に関するデータを予め演算処理装置14に入力した。具体的には、塗液の所定の材料処方
14 異なる場合の、塗布速度に対する塗布終了後5分経過後の湿潤膜厚と、乾燥膜厚とを測定し、これらのデータを入力した。電荷輸送層塗液の塗布終了後5分経過後の湿潤膜厚を測定し、測定結果から最適な固形分濃度を演算処理装置14によって自動演算した。実施例1のように塗布速度の制御は行わずに塗布速度を一定とし、塗液に溶剤を追加して、次の塗布工程における固形分濃度を一定に保つように自動的に制御するようにして、連続100本の感光体を作製した。このようにして、完成品の電荷輸送層の膜厚を実施例1と同様にして測定した結果を以下の表2に示す。電荷輸送層の膜厚はほぼ23 μ mで一定であった。

【0071】(実施例3)実施例1と同様に、アルミニウム製の円筒状の導電性基体に、下引き層と電荷発生層とを所定の膜厚となるようにしてこの順番に形成し、さらに電荷輸送層を形成した。電荷輸送層の塗布に関して、電荷輸送層用塗液に関するデータを予め演算処理装置14に入力した。具体的には、塗液の所定の材料処方
20 異なる場合の、塗布速度に対する塗布終了後5分経過後および7分経過後の湿潤膜厚と、乾燥膜厚とを測定し、これらのデータを入力した。電荷輸送層塗液の塗布終了後5分経過後および7分経過後の湿潤膜厚を測定した。測定した湿潤膜厚に対応した乾燥膜厚の平均値から、最適な塗布速度を演算処理装置14によって自動演算し、次の塗布工程における塗布速度を自動的に制御するようにして、連続100本の感光体を作製した。このようにして、完成品の電荷輸送層の膜厚を実施例1と同様にして測定した結果を以下の表2に示す。電荷輸送層の膜厚は23 μ mで一定であった。また、実施例1よりもばらつきが小さかった。

【0072】

【表1】

	実施例1			比較例1		
	膜厚 μm	塗布速度 mm/sec	判定	膜厚 μm	塗布速度 mm/sec	判定
1 本目	23.0	5.3	OK	23.1	5.3	OK
10 本目	23.1	5.1	OK	23.4	5.3	OK
20 本目	23.2	4.7	OK	23.8	5.3	NG
30 本目	23.2	4.4	OK	24.1	5.3	NG
40 本目	29.9	4.2	OK	24.6	5.3	NG
50 本目	23.0	4.0	OK	25.0	5.3	NG
60 本目	23.2	3.8	OK	25.8	5.3	NG
70 本目	23.1	3.5	OK	26.1	6.3	NG
80 本目	23.3	3.3	OK	27.0	5.3	NG
90 本目	23.0	3.1	OK	28.1	5.3	NG
100 本目	23.0	2.8	OK	29.1	6.3	NG

【0073】

* * 【表2】

	実施例2			実施例3		
	膜厚 μm	塗布速度 mm/sec	判定	膜厚 μm	塗布速度 mm/sec	判定
1 本目	23.0	5.3	OK	23.0	5.3	OK
10 本目	29.9	5.3	OK	23.1	5.2	OK
20 本目	23.2	5.3	OK	23.2	5.0	OK
30 本目	23.3	5.3	OK	23.2	4.7	OK
40 本目	23.1	5.3	OK	23.1	4.5	OK
50 本目	23.0	5.3	OK	23.0	4.2	OK
60 本目	23.2	5.3	OK	23.2	3.9	OK
70 本目	29.9	5.3	OK	23.1	3.7	OK
80 本目	23.1	5.3	OK	23.1	3.5	OK
90 本目	23.0	5.3	OK	23.0	3.2	OK
100 本目	23.2	5.3	OK	23.0	2.9	OK

【0074】

【発明の効果】以上のように本発明によれば、導電性基体上に浸漬塗布法によって塗液を塗布する際、塗膜を加熱乾燥する前に湿潤膜厚を測定し、測定した湿潤膜厚に基づいて乾燥膜厚または塗布時点の塗液物性を推定し、推定結果に基づいて直後の塗布工程における塗布条件を制御して塗布量を調整するようにした。したがって、膜厚が比較的厚いときや溶剤の乾燥工程を必要とするときであっても、溶剤乾燥中に次の基体への塗布を行って、膜厚測定結果を直後の塗布工程に反映することができ、感光体毎の膜厚均一性を高めて、安定した感光特性を有する電子写真感光体を提供することができ、また生産性の低下やコストの増加を招くことなく良品率を向上することができる。

【0075】また本発明によれば、塗液の塗布終了直後の時点から予め定められる期間が経過した時点で湿潤膜厚を測定するようにしたので、下引き層、電荷発生層および電荷輸送層の膜厚を高精度に制御することができる。

※【0076】また本発明によれば、乾燥膜厚の推定結果に基づいて塗布速度を制御して塗布量を調整することによって、各層の膜厚を高精度に制御することができる。

【0077】また本発明によれば、塗布時点の塗液物性の推定結果に基づいて塗液物性を制御して塗布量を調整することによって、各層の膜厚を高精度に制御することができる。

【0078】また本発明によれば、光干渉法によって湿潤膜厚を測定するようにしたので、非接触でかつ短時間で測定することができる。

【0079】また本発明によれば、光干渉法による湿潤膜厚測定時に500nm以上の波長光を照射するようにしたので、電荷輸送物質の分解を防止することができる。

【0080】また本発明によれば、互いに異なる複数の時点で湿潤膜厚を測定するようにしたので、湿潤膜厚の測定精度を高めることができる。

【0081】また本発明によれば、互いに異なる複数位置で湿潤膜厚を同時に測定するようにしたので、各層の

17

膜厚を高精度に制御することができる。

【0082】また本発明によれば、膜厚が比較的厚く、溶剤の乾燥工程を必要とする電荷輸送層の製造に対して上述したような製造方法を適用することによって、感光体毎の電荷輸送層の膜厚の均一性を高めて、安定した感光特性を有する電子写真感光体を得ることができ、また生産性の低下やコストの増加を招くことなく良品率を向上することができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】光干渉法による膜厚測定のための図である。

【図2】本発明の実施の一形態である電子写真感光体の製造方法を実現するための浸漬塗布装置を示す図である。

【図3】浸漬塗布装置の分光光度計の他の受光部16を拡大して示す図である。

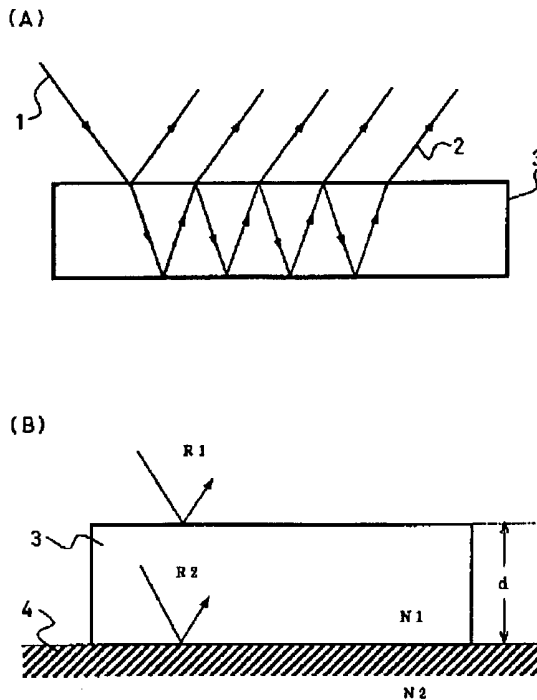
【符号の説明】

- 1 入射光
- 2 反射光

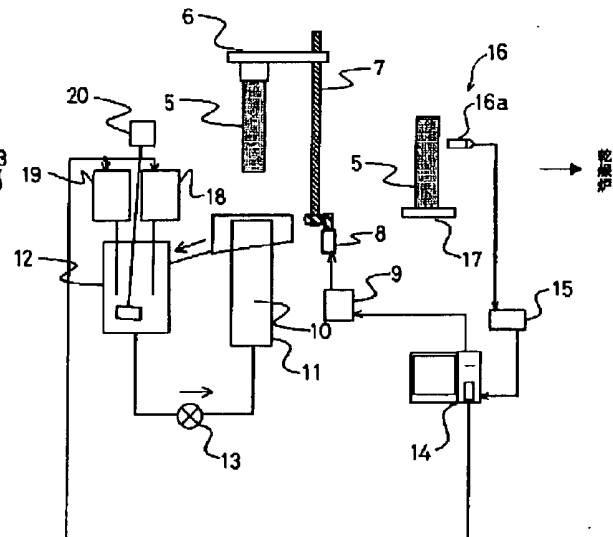
- 3 膜
- 4 基体
- 5 導電性基体
- 6 アーム
- 7 昇降機
- 8 昇降装置の昇降モータ
- 9 昇降装置の回転調整部
- 10 塗液
- 11 塗液槽
- 12 攪拌槽
- 13 送液ポンプ
- 14 演算処理装置
- 15 分光光度計の演算部
- 16 分光光度計の受光部
- 16a 受光素子
- 17 膜厚測定位置
- 18 溶剤追加装置
- 19 塗液追加装置
- 20 攪拌装置

18

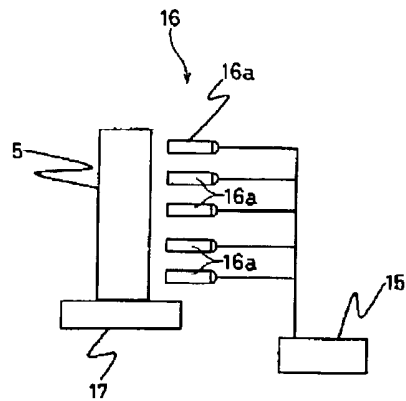
【図1】



【図2】



【図3】



フロントページの続き

(72)発明者 藤田 さやか
大阪府大阪市阿倍野区長池町22番22号 シ
ヤーフ株式会社内
(72)発明者 森田 和茂
大阪府大阪市阿倍野区長池町22番22号 シ
ヤーフ株式会社内

(72)発明者 川原 在彦
大阪府大阪市阿倍野区長池町22番22号 シ
ヤーフ株式会社内
(72)発明者 金澤 朋子
大阪府大阪市阿倍野区長池町22番22号 シ
ヤーフ株式会社内
Fターム(参考) 2F065 AA30 BB13 BB17 CC02 DD03
DD06 FF51 LL22
2H068 EA12 EA41